

PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD PEEC | QUÍMICA AMBIENTAL Y DE ALIMENTOS

# SUBPROGRAMA METALES EN AGUAS: DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE METALES EN AGUA

INFORME FINAL DE ENSAYO DE APTITUD | SP3-2015 V.0

**SUBPROGRAMA METALES EN AGUAS::**  
*DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE METALES EN AGUA*

**Coordinador PEEC:**

Soraya Sandoval  
07.04.2016 V.0

**Autorizado por:**

Jefe (TyP) Departamento Salud Ambiental  
Roberto Bravo Méndez

Departamento Salud Ambiental  
Subdepartamento de Metrología y Desarrollo Tecnológico  
Sección Metrología Ambiental y de Alimentos  
Instituto de Salud Pública de Chile  
Avda. Marathón 1000, Ñuñoa  
Santiago de Chile



**P E E C**  
PROGRAMA DE EVALUACIÓN EXTERNA DE CALIDAD

# **SUBPROGRAMA METALES EN AGUAS: DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE METALES EN AGUA**

---

## **CONTENIDO**

---

|   |           |
|---|-----------|
| <b>1. LISTA DE PARTICIPANTES .....</b>                            | <b>4</b>  |
| <b>2. RESPONSABLES .....</b>                                      | <b>6</b>  |
| <b>3. INTRODUCCIÓN .....</b>                                      | <b>6</b>  |
| <b>4. MATERIAL DE ENSAYO .....</b>                                | <b>6</b>  |
| <b>5. CRONOGRAMA .....</b>  | <b>7</b>  |
| <b>6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO .....</b>                              | <b>7</b>  |
| <b>7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES .....</b>       | <b>7</b>  |
| <b>8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS .....</b> | <b>8</b>  |
| <b>9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO .....</b>                           | <b>8</b>  |
| <b>10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS .....</b>                        | <b>8</b>  |
| <b>11. REFERENCIAS .....</b>                                      | <b>9</b>  |
| <b>12. ANEXOS .....</b>   | <b>10</b> |

## 1. LISTA DE PARTICIPANTES

---

|  |              |
|--|--------------|
| BIOTECMAR SERVICIOS UNIVERSIDAD CATÓLICA DE LA SANTÍSIMA CONCEPCIÓN                    | CONCEPCIÓN   |
| CESMEC S.A SEDE IQUIQUE  | IQUIQUE      |
| CESMEC S.A SEDE SANTIAGO   | SANTIAGO     |
| CESMEC S.A. SEDE CONCEPCIÓN  | CONCEPCIÓN   |
| GCL, GESTIÓN DE CALIDAD Y LABORATORIO  | SANTIAGO     |
| LABORATORIO AMBIENTAL / SEREMI DE SALUD ARAUCANÍA                                      | TEMUCO       |
| LABORATORIO AMBIENTAL DE VIÑA DEL MAR DE LA SEREMI DE SALUD REGIÓN VALPARAÍSO          | VALPARAÍSO   |
| LABORATORIO AMBIENTAL DEL MAULE / SEREMI DE SALUD MAULE                                | TALCA        |
| LABORATORIO AMBIENTAL LLANQUIHUE / SEREMI DE SALUD REGIÓN DE LOS LAGOS                 | PUERTO MONTT |
| LABORATORIO AMBIENTAL ÑUBLE DELEGACIÓN PROVINCIAL ÑUBLE SEREMI DE SALUD DEL BIO BÍO    | CHILLÁN      |
| LABORATORIO AMBIENTAL O'HIGGINS SEREMI DE SALUD O'HIGGINS                              | RANCAGUA     |
| LABORATORIO DE SUELO Y ANÁLISIS FOLIAR - PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DE VALPARAÍSO | VALPARAÍSO   |
| LABORATORIO DEL AMBIENTE SEREMI SALUD REGIÓN DE LOS RIOS                               | VALDIVIA     |
| LABORATORIO LECYCA UNIVERSIDAD DEL BIO BÍO   | CHILLÁN      |
| LABORATORIO SALUD AMBIENTAL ANTOFAGASTA  | ANTOFAGASTA  |
| LABORATORIO SANITARIO AMBIENTAL SEREMI SALUD RM  | SANTIAGO     |
| VIAMED TECHNICAL LABORATORY S.A.   | SANTIAGO     |

## 2. RESPONSABLES

---

Personal responsable en la organización y desarrollo de esta ronda:

- QF. Soraya Sandoval (Coordinador (S) Ensayos de aptitud)

Colaboradores:

- Gabriel Zambrano (Preparación de cajas y etiquetado, preparación y embalaje de ítems de ensayo).

### 3. INTRODUCCIÓN

Este informe corresponde a la Ronda de Ensayos Aptitud del Subprograma SP3-2015, que comprendió la “Determinación de metales pesados en aguas”, en el marco de la Reglamentación y normativa del agua potable, cuyo objetivo es que los laboratorios evalúen el desempeño en el análisis de agua de consumo humano, en cuanto a los elementos esenciales y no esenciales que en este tipo de muestras deben ser controladas y/o fiscalizadas.

Este ensayo de aptitud estuvo dirigido a la determinación cuantitativa de metales pesados (Cromo, Cadmio, Plomo, Arsénico) en aguas, herramienta que permite evaluar la calidad de las actividades analíticas desarrolladas en el rubro de control alimentario y de ambientes.

### 4. MATERIAL DE ENSAYO

El material de ensayo enviado consistió en una muestra de aproximadamente 100 mL de agua, para determinación de Arsénico, Cadmio, Cromo y Plomo. Las muestras se encuentran etiquetadas y envasadas en frascos plásticos. Los ítems se mantuvieron almacenados a temperaturas de refrigeración.

Este material fue preparado por el área Química de la Sección Metrología Ambiental y de Alimentos, por el laboratorio Candidato de la Red Nacional de Metrología.

Al material preparado se le realizó el test de homogeneidad correspondiente, utilizando 10 muestras aleatorias y analizadas en duplicado. El test de homogeneidad demostró que la homogeneidad del material era aceptable, entregando los resultados en la Tabla N°1:

**Tabla N°1:**

*Resumen resultados Test de Homogeneidad del material de ensayo*

| Analito  | n | Resultado Test Homogeneidad | Suficientemente homogéneo |
|----------|---|-----------------------------|---------------------------|
| Arsénico | 9 | Aceptable                   | Sí                        |
| Cadmio   | 9 | Aceptable                   | Sí                        |
| Cromo    | 9 | Aceptable                   | Sí                        |
| Plomo    | 9 | Aceptable                   | Sí                        |

Para la evaluación de estabilidad fueron seleccionadas un conjunto de muestras que fueron almacenadas a temperatura ambiente y bajo refrigeración. Para el test de estabilidad los resultados fueron aceptables en ambas condiciones de almacenamiento por el período que duraría la ronda.

A cada uno de los laboratorios participantes les fueron enviadas instrucciones para manipular el material y realizar el análisis de rutina correspondiente. Del mismo modo, se indicó que debían cumplir con las prácticas estándares de seguridad durante el desarrollo del ensayo.

## 5. CRONOGRAMA

---

### Envío de material de ensayo

18 Agosto 2015

### Fecha límite de envío de resultados

15 Septiembre 2015

### Fecha informe parcial

23 Septiembre 2015

## 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

---

Luego del cierre de la ronda, los resultados son recolectados. Se evaluó la existencia de datos anómalos, en base al método estadístico de Grubbs, una vez establecidos éstos, y sin ser excluidos, se procedió a realizar el análisis estadístico.

Los resultados de los análisis cuantitativos obtenidos por los laboratorios son transformados a valores estándares (z-score)

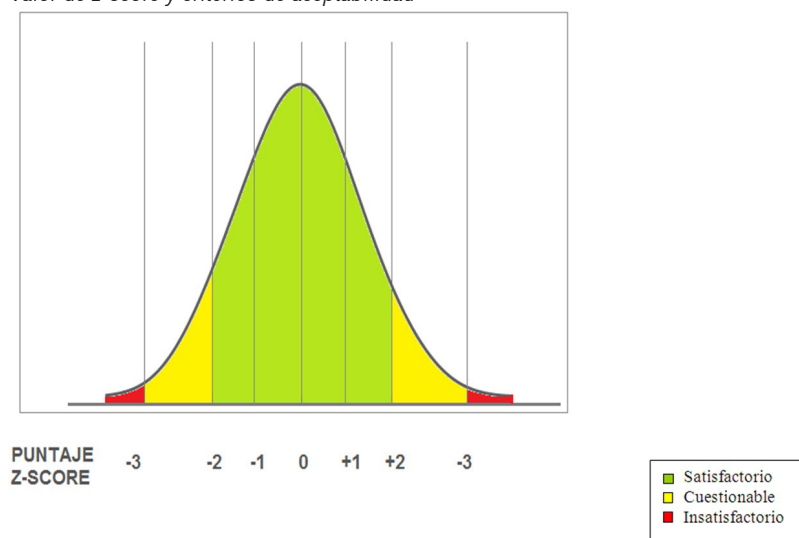
El valor asignado de cada uno de los analitos fue establecido en base al test de Homogeneidad.

La desviación estándar de la ronda fue calculada en base al modelo estadístico de Horwitz.

Los criterios de aceptabilidad son clasificados de la siguiente manera:

### Figura1.

Valor de z-score y criterios de aceptabilidad



$[ Z ] \leq 2$ : es decir, entre -2,00 y +2,00 el desempeño es **SATISFACTORIO**

$2 < [ Z ] < 3$ : entre -2,01 y < -2,99 y; entre +2,01 y < +2,99 el desempeño es **CUESTIONABLE**

$[ Z ] > 3$ : el resultado del laboratorio es **NO SATISFACTORIO**

El laboratorio participante deberá ubicarse en las tablas y gráficos de acuerdo al CIL (Código Identificación de Laboratorio) asignado a su laboratorio.

## 7. RESULTADOS INFORMADOS POR LOS PARTICIPANTES

---

### 7.1.- Datos

Los resultados enviados por los participantes se presentan en la tabla N° 3, 4, 5,6 que se encuentran en anexos.

De los 17 laboratorios adscritos, el 94,1% envió resultados a través del portal PEEC. Un laboratorio no envió resultados.

### 7.2.- Métodos y Técnicas

#### **Arsénico (As):**

Respecto de los métodos de referencia informados, se menciona mayoritariamente el Manual de Superintendencia de Servicios Sanitarios (SISS), específicamente método de ensayo ME-12-2007, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater parte 3113B, EPA 200.9 y Método in-house. Dentro de las técnicas informadas se encuentra la espectroscopia de absorción atómica con generación de hidruros y también absorción atómica por horno grafito.

#### **Cadmio (Cd):**

Respecto de los métodos de referencia informados, se indica el uso del Manual SISS, método de ensayo ME-13-2007, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater parte 3113B y parte 3111, AOAC 965.37, EPA 200.9 y método "in-house". Como técnica utilizada se menciona absorción atómica con horno grafito y absorción atómica por llama.

#### **Cromo (Cr):**

Respecto de los métodos de referencia informados, se indica el uso del Manual SISS, método de ensayo ME-5-2007. Asimismo, el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater parte 3111 y parte 3120. Como técnica utilizada se menciona absorción atómica con horno grafito y absorción atómica por llama.

#### **Plomo (Pb):**

Respecto de los Métodos de Referencia informados, se indica el uso del Manual SISS, método de ensayo ME-18-2007. Como también el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater parte 3113 B y 3111, EPA 200.9, AOAC 965.37 y Metodo "In House". Como técnica utilizada se menciona espectroscopia de absorción atómica con horno de grafito y absorción atómica por llama.

Esta información se presenta en el Gráfico N°1 b), 2 b), 3 b) y 4 b). (Ver Anexos)

## 8. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS INFORMADOS

Para la evaluación de desempeño se determinó un valor asignado derivado del test de homogeneidad de la muestra (ver Tabla N°2).

### **Tabla N°2:**

*Resumen análisis estadístico muestra*

| Parámetros                                   | As     | Cd     | Cr     | Pb    |
|--|--------|--------|--------|-------|
| n (*)  | 12     | 13     | 12     | 13    |
| Valor asignado por test de homogeneidad µg/L | 38,70  | 49,70  | 49,90  | 9,67  |
| Desviación estándar de la ronda µg/L         | 10,102 | 12,494 | 12,536 | 3,442 |
| N° anómalos                                  | 0      | 1      | 0      | 0     |

(\*) n= N° participantes que enviaron resultados

## 9. EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO

Ocho (8) laboratorios que reportaron resultados para Arsénico obtuvieron un desempeño satisfactorio. Dos (2) obtuvieron un desempeño cuestionable y dos (2) insatisfactorio.

Doce (12) laboratorios que reportaron resultados para Cadmio, de un total de 13, obtuvieron un desempeño satisfactorio. Sólo un (1) laboratorio obtuvo evaluación de desempeño insatisfactorio.

Todos los laboratorios que reportaron resultados para Cromo (12) obtuvieron un desempeño satisfactorio.

Cuatro (4) laboratorios que reportaron resultados para Plomo, de un total de 8, obtuvieron un desempeño satisfactorio. Dos (2) laboratorios obtuvieron evaluación de desempeño cuestionable y dos (2) con evaluación de desempeño insatisfactorio.

En anexos se presentan gráficamente los porcentajes de desempeño obtenido para la ronda, representación de z-score obtenido por los participantes y los métodos de referencia asociados a cada desempeño.



## 10. COMENTARIOS Y SUGERENCIAS

---

- a) Diecisiete (17) participantes se adscribieron a este ensayo de aptitud para determinación de metales en agua. No obstante, sólo dieciséis (16) participantes enviaron resultados para los diferentes analitos de esta ronda, correspondiendo al 94,12%.
- b) Para la evaluación de Arsénico se tuvo un 66,67% de desempeño satisfactorio, disminuyendo respecto al 100% del año anterior.
- c) Para la evaluación de desempeño de Cadmio se obtuvo en esta ronda un 92,31% de resultados satisfactorios, manteniéndose constante respecto al año 2014.
- d) Para la evaluación de Cromo se obtuvo un 100% de resultados satisfactorios, superando los resultados respecto del año anterior (85,7%).
- e) Para la evaluación de Plomo se obtuvo una disminución en el porcentaje de desempeño satisfactorio (50,0%), respecto del año anterior (85,7%).
- f) Se sugiere revisar las causas de desviaciones en los resultados para laboratorios que cuenten con un Z-Score dentro del rango de evaluación de desempeño de cuestionable o insatisfactorio.
- g) La versión final de este informe se publicará en en página Web institucional [www.ispch.cl](http://www.ispch.cl).

## 11. REFERENCIAS

---

1. ISO 13528:2005 (E). Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.
2. NCh-ISO 17043-2011, Evaluación de la conformidad – requisitos generales para los ensayos de aptitud.
3. "Robust Statistics: a Method of Coping with Outliers". Royal Society of Chemistry, Analytical Methods Committee, N° 6, A.
4. Thompson, M., Ellison, S.L.R and Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories (IUPAC Technical Report).Pure Appl. Chem. 78, pp 145- 196.

## 12. ANEXOS

**Tabla N°3.**

Resultados reportados y z-score para Arsénico.

| Laboratorio           | Resultados ug/L | Ref. del Método        | Z-Score | Evaluación |
|-----------------------|-----------------|------------------------|---------|------------|
| QAMA 0979             | 4,8             | Manual SISS ME-12-2007 | -3,36   | I          |
| QAMA 1000             | 15,47           | Manual SISS ME-12-2007 | -2,3    | C          |
| QAMA 1002             | 17,36           | Manual SISS ME-12-2007 | -2,11   | C          |
| QAMA 1008             | 42,8            | NCh 2313/9:1996        | 0,41    | S          |
| QAMA 1012             | 44              | Manual SISS ME-12-2007 | 0,52    | S          |
| QAMA 1014             | 42,37           | EPA 200.9              | 0,36    | S          |
| QAMA 1019             | 39              | Metodo "In House"      | 0,03    | S          |
| QAMA 1037             | 50,3            | Manual SISS ME-12-2007 | 1,15    | S          |
| QAMA 1040             | 26,35           | Metodo "In House"      | -1,22   | S          |
| QAMA 1043             | 3,15            | Manual SISS ME-12-2007 | -3,52   | I          |
| QAMA 1050             | 42,192          | SMEW&W 3113 B          | 0,35    | S          |
| QAMA 1063             | 30,1            | Manual SISS ME-12-2007 | -0,85   | S          |
| <b>Valor Asignado</b> | <b>38,7</b>     |                        |         |            |

|                 |   |
|-----------------|---|
| Satisfactorio   | S |
| Cuestionable    | C |
| Insatisfactorio | I |

**Tabla N°4.**

Resultados reportados y z-score para Cadmio.

| Laboratorio           | Resultados ug/L | Ref. del Método        | Z-Score | Evaluación |
|-----------------------|-----------------|------------------------|---------|------------|
| QAMA 0979             | 46,5            | Manual SISS ME-05-2007 | -0,26   | S          |
| QAMA 0999             | 61,8            | Manual SISS ME-13-2007 | 0,97    | S          |
| QAMA 1000             | 61,15           | Manual SISS ME-13-2007 | 0,92    | S          |
| QAMA 1002             | 63,5            | Manual SISS ME-13-2007 | 1,1     | S          |
| QAMA 1008             | 53              | EPA 200.9              | 0,26    | S          |
| QAMA 1012             | 10              | Manual SISS ME-13-2007 | -3,18   | I          |
| QAMA 1014             | 56              | EPA 200.9              | 0,5     | S          |
| QAMA 1019             | 58              | Metodo "In House"      | 0,66    | S          |
| QAMA 1037             | 50,2            | Manual SISS ME-13-2007 | 0,04    | S          |
| QAMA 1040             | 55              | Metodo "In House"      | 0,42    | S          |
| QAMA 1043             | 57,1            | Manual SISS ME-13-2007 | 0,59    | S          |
| QAMA 1060             | 58              | Manual SISS ME-13-2007 | 0,66    | S          |
| QAMA 1063             | 54,5            | Manual SISS ME-13-2007 | 0,38    | S          |
| <b>Valor Asignado</b> | <b>49,7</b>     |                        |         |            |

|                 |   |
|-----------------|---|
| Satisfactorio   | S |
| Cuestionable    | C |
| Insatisfactorio | I |

**Tabla N°5.**

Resultados reportados y z-score para Cromo.

| Laboratorio           | Resultados ug/L | Ref. del Método        | Z-Score | Evaluación |
|-----------------------|-----------------|------------------------|---------|------------|
| QAMA 0987             | 60              | SMEW&W 3113 B          | 0,81    | S          |
| QAMA 0999             | 61,9            | Manual SISS ME-05-2007 | 0,96    | S          |
| QAMA 1000             | 63,4            | Manual SISS ME-05-2007 | 1,08    | S          |
| QAMA 1008             | 58,7            | EPA 200.9              | 0,7     | S          |
| QAMA 1014             | 60,54           | EPA 200.9              | 0,85    | S          |
| QAMA 1019             | 55              | Metodo "In House"      | 0,41    | S          |
| QAMA 1037             | 74,2            | Manual SISS ME-05-2007 | 1,94    | S          |
| QAMA 1040             | 38              | Metodo "In House"      | -0,95   | S          |
| QAMA 1041             | 70,8            | SMEW&W 3111            | 1,67    | S          |
| QAMA 1043             | 54,8            | Manual SISS ME-05-2007 | 0,39    | S          |
| QAMA 1060             | 51              | SMEW&W 3111            | 0,09    | S          |
| QAMA 1063             | 56,7            | Manual SISS ME-05-2007 | 0,54    | S          |
| <b>Valor Asignado</b> | <b>49,9</b>     |                        |         |            |

|                 |   |
|-----------------|---|
| Satisfactorio   | S |
| Cuestionable    | C |
| Insatisfactorio | I |

**Tabla N°6.**

Resultados reportados y z-score para Plomo.

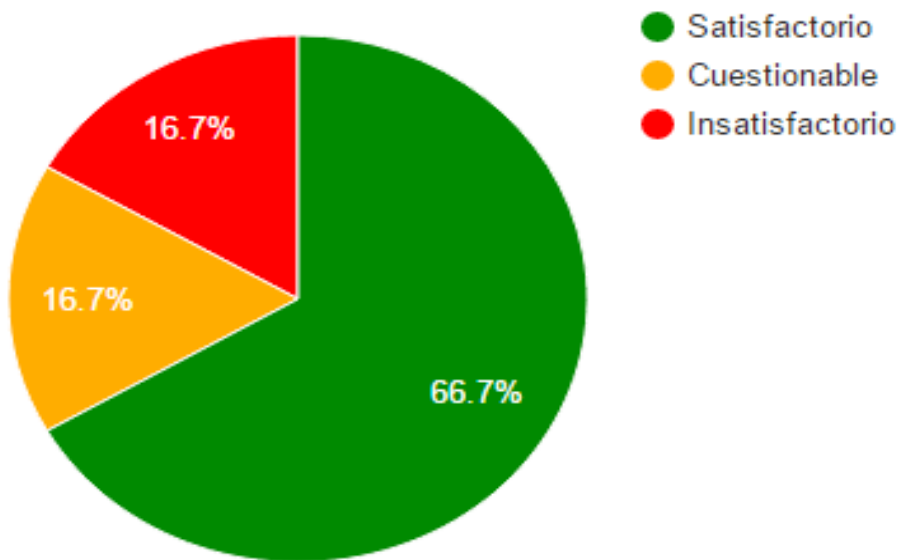
| Laboratorio           | Resultados ug/L | Ref. del Método         | Z-Score | Evaluación |
|-----------------------|-----------------|-------------------------|---------|------------|
| QAMA 0999             | 15,7            | Manual SISS ME- 18-2007 | 1,4     | S          |
| QAMA 1002             | 15,7            | Manual SISS ME- 18-2007 | 1,4     | S          |
| QAMA 1008             | 1               | EPA 200.9               | -2,88   | C          |
| QAMA 1012             | 10              | Manual SISS ME- 18-2007 | -0,26   | S          |
| QAMA 1014             | 0,34            | EPA 200.9               | -3,07   | I          |
| QAMA 1019             | 1               | Metodo "In House"       | -2,88   | C          |
| QAMA 1037             | 29,4            | Manual SISS ME- 18-2007 | 5,38    | I          |
| QAMA 1043             | 9,2             | Manual SISS ME- 18-2007 | -0,49   | S          |
| <b>Valor Asignado</b> | <b>9,67</b>     |                         |         |            |

|                 |   |
|-----------------|---|
| Satisfactorio   | S |
| Cuestionable    | C |
| Insatisfactorio | I |

### Gráfica N° 1

a) Evaluación de desempeño porcentual para Arsénico

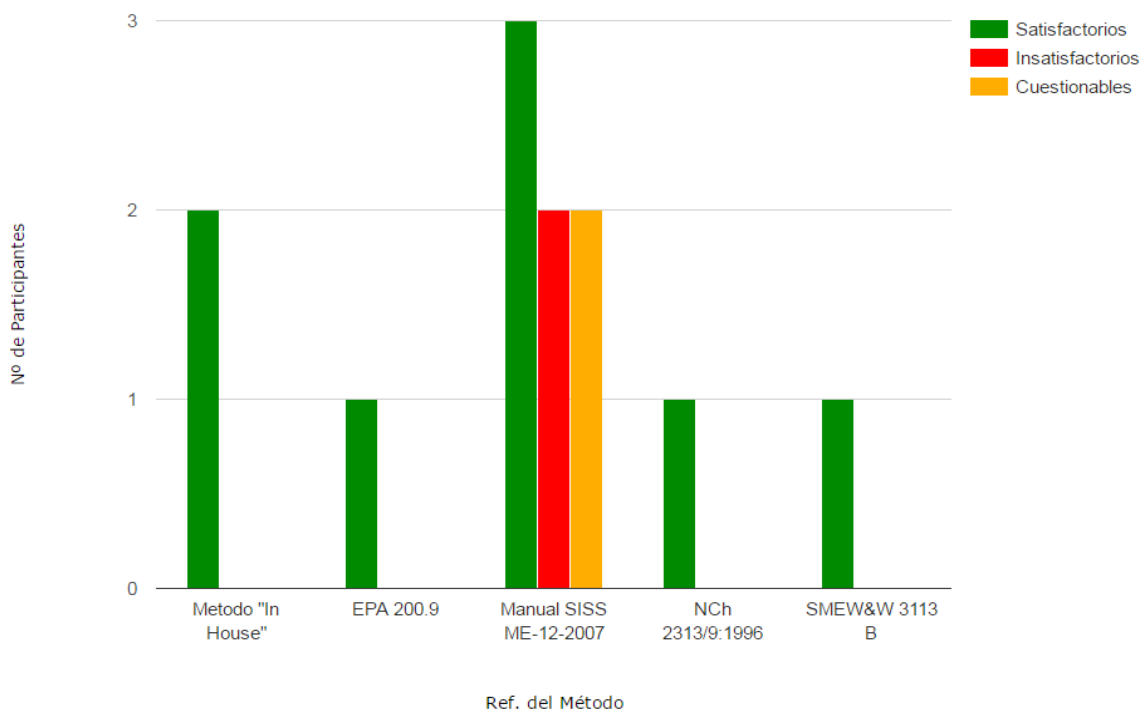
#### Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño



### Gráfica N° 1

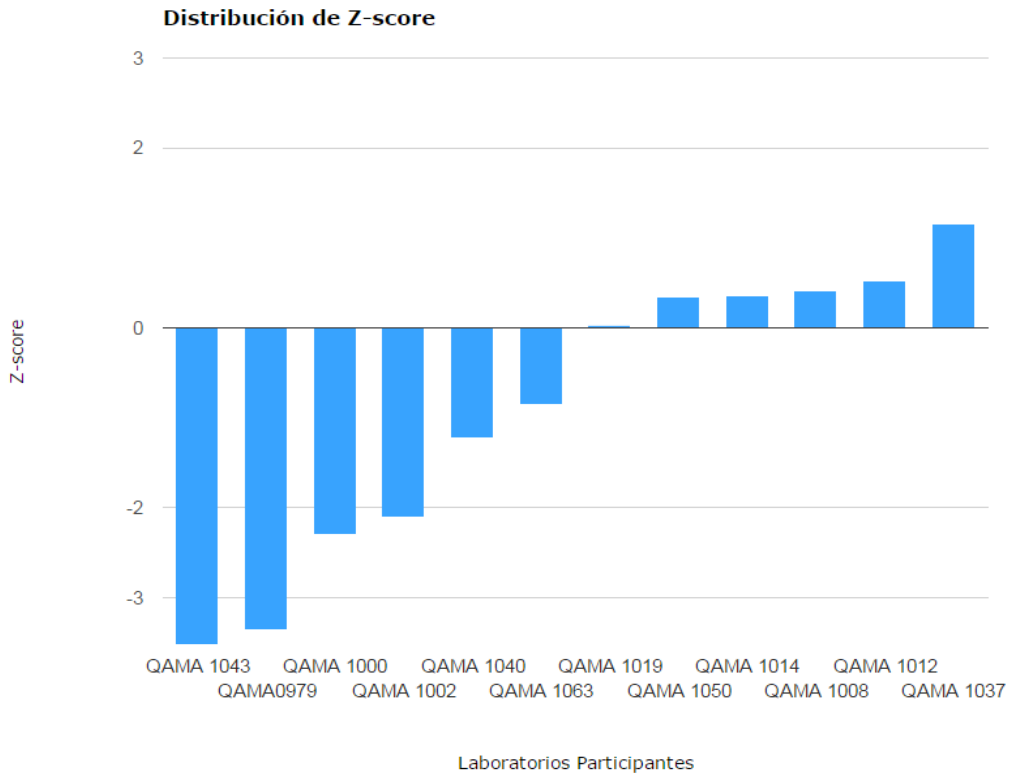
b) Evaluación de resultados para Arsénico según método utilizado

#### Evaluación de Resultados de acuerdo al Método Utilizado



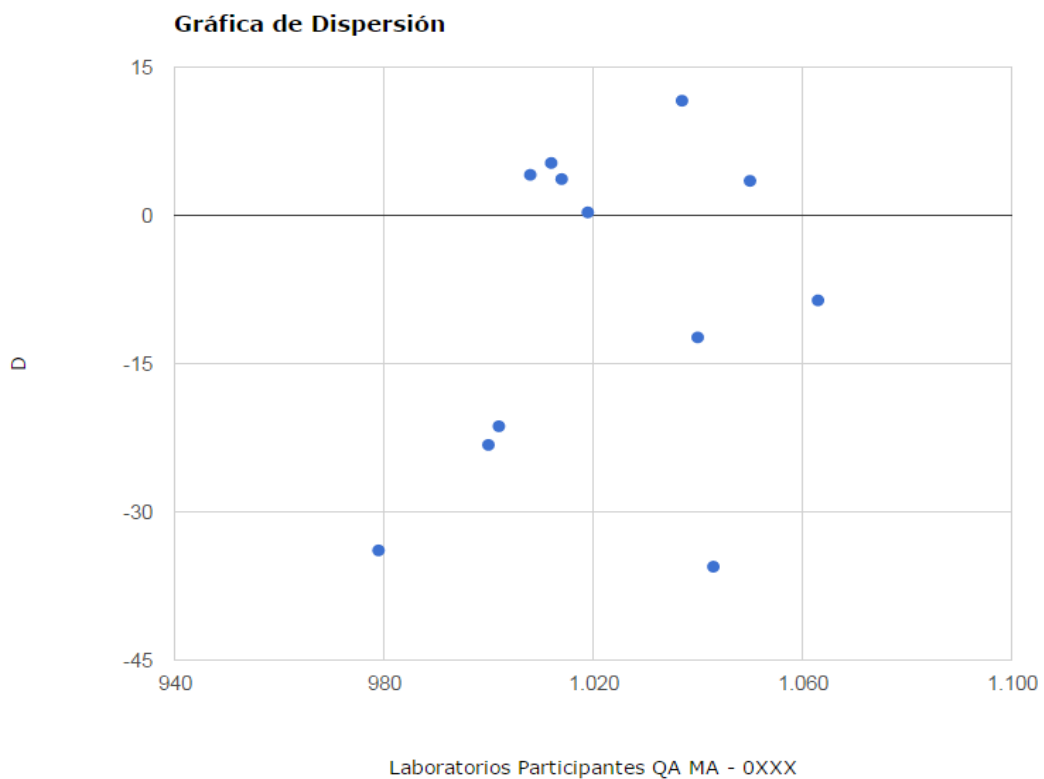
**Gráfica N° 1**

c) Distribución Z-score para Arsénico



**Gráfica N° 1**

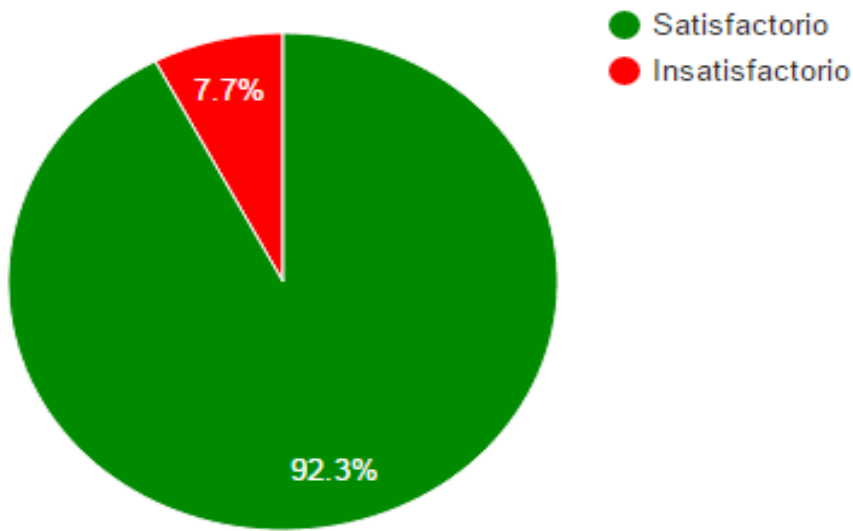
d) Gráfica de dispersión para Arsénico



### Gráfica N° 2

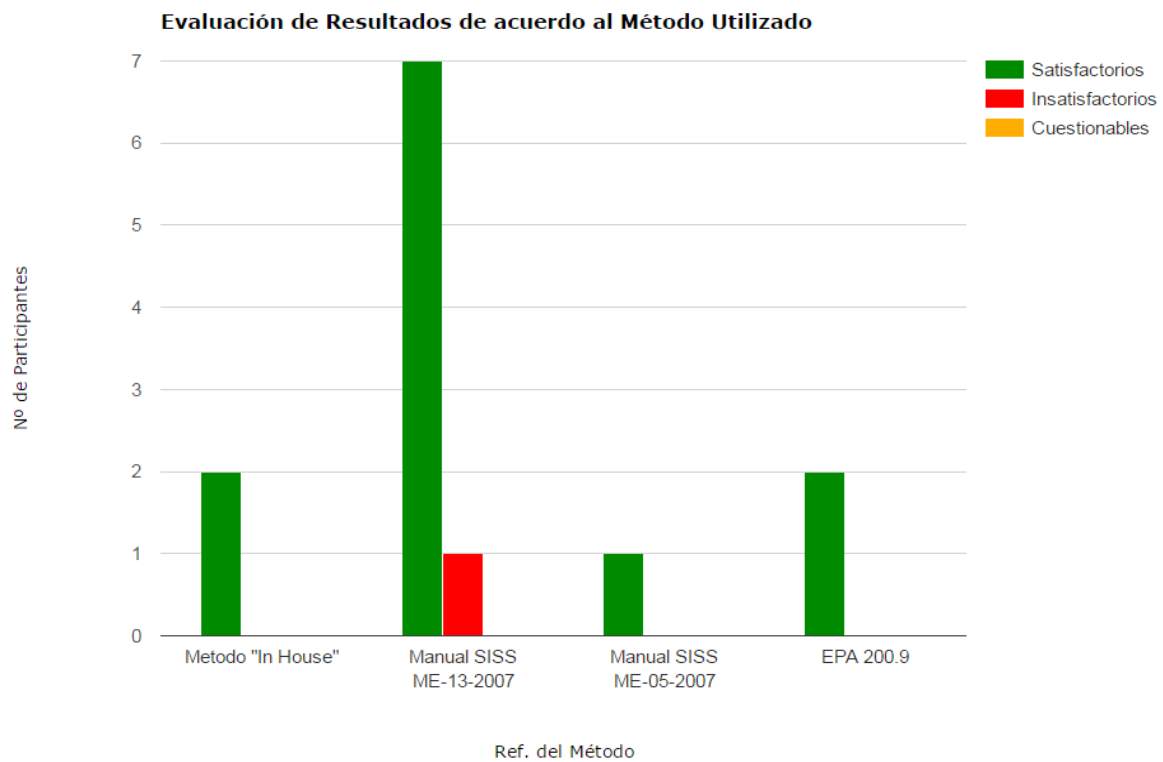
a) Evaluación de desempeño porcentual para Cadmio

Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño



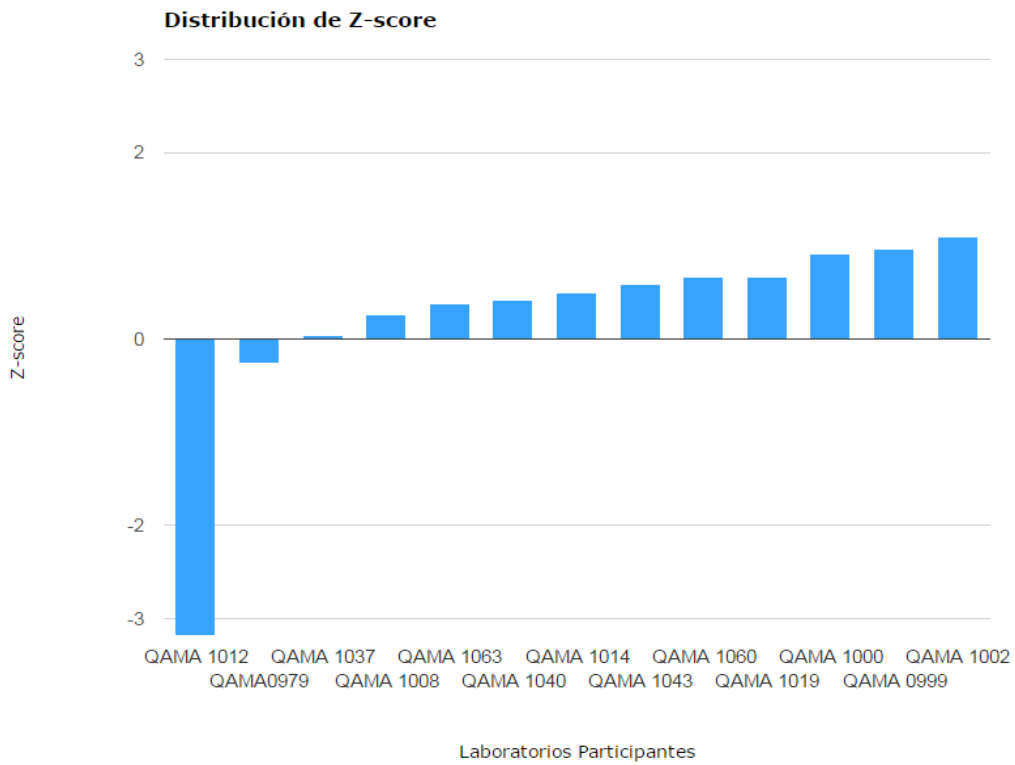
### Gráfica N° 2

b) Evaluación de resultados para Cadmio según método utilizado



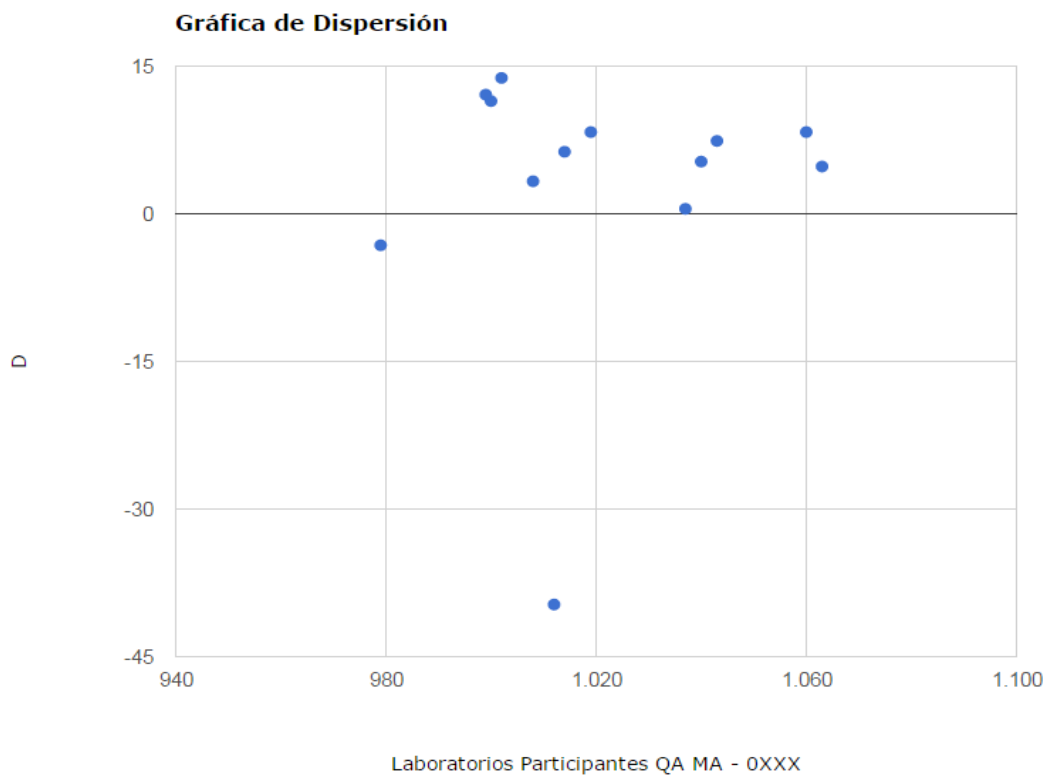
**Gráfica N° 2**

c) Distribución Z-score para Cadmio



**Gráfica N° 2**

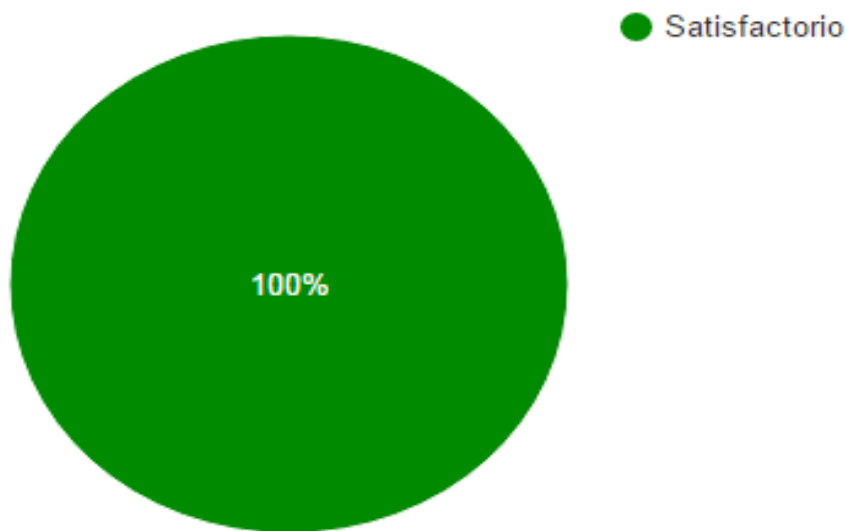
d) Gráfica de dispersión para Cadmio



### Gráfica N° 3

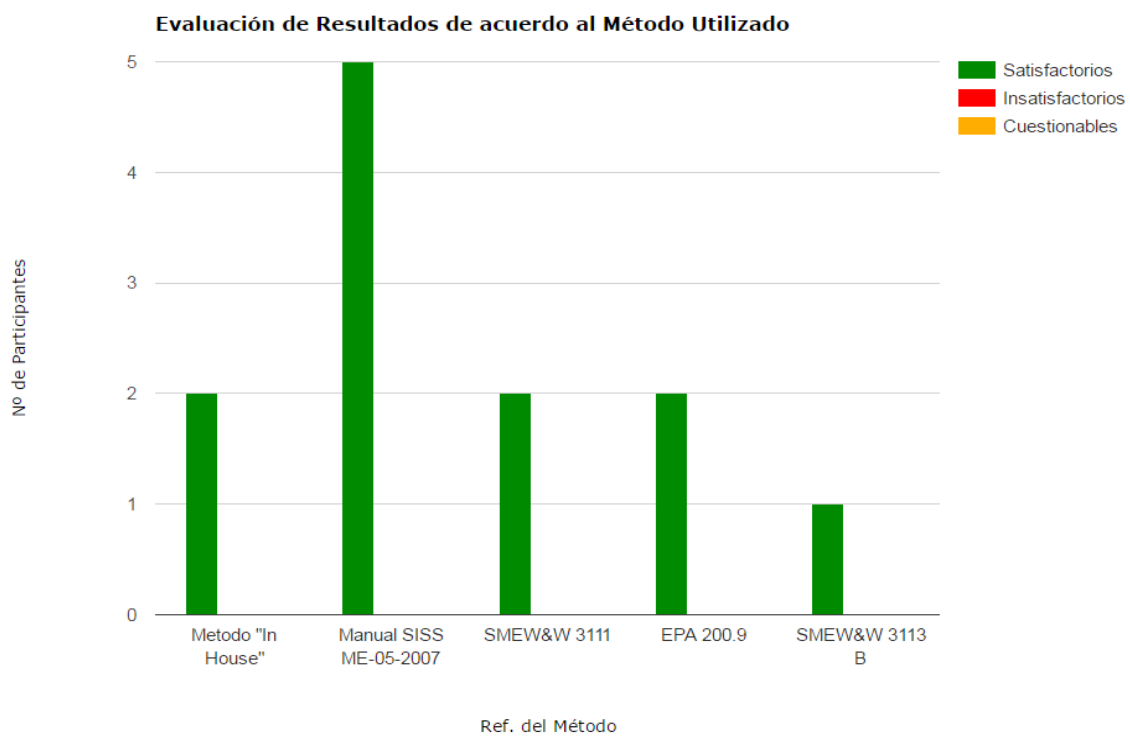
a) Evaluación de desempeño porcentual para Cromo

#### Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño



### Gráfica N° 3

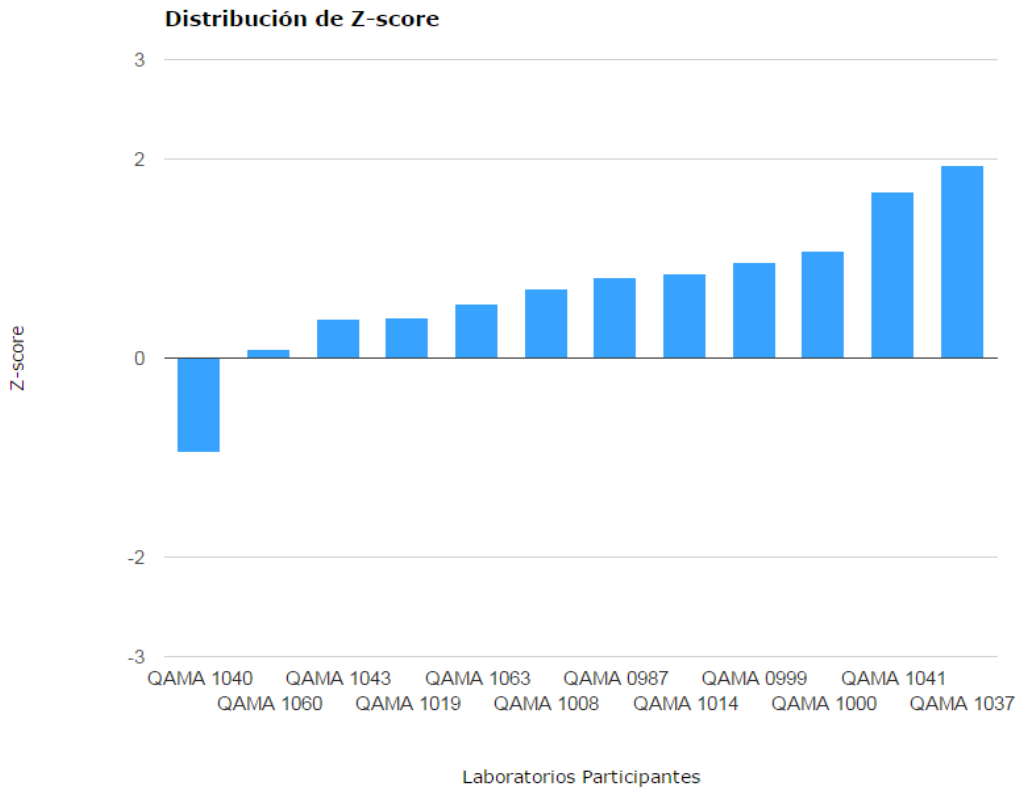
b) Evaluación de resultados para Cromo según método utilizado





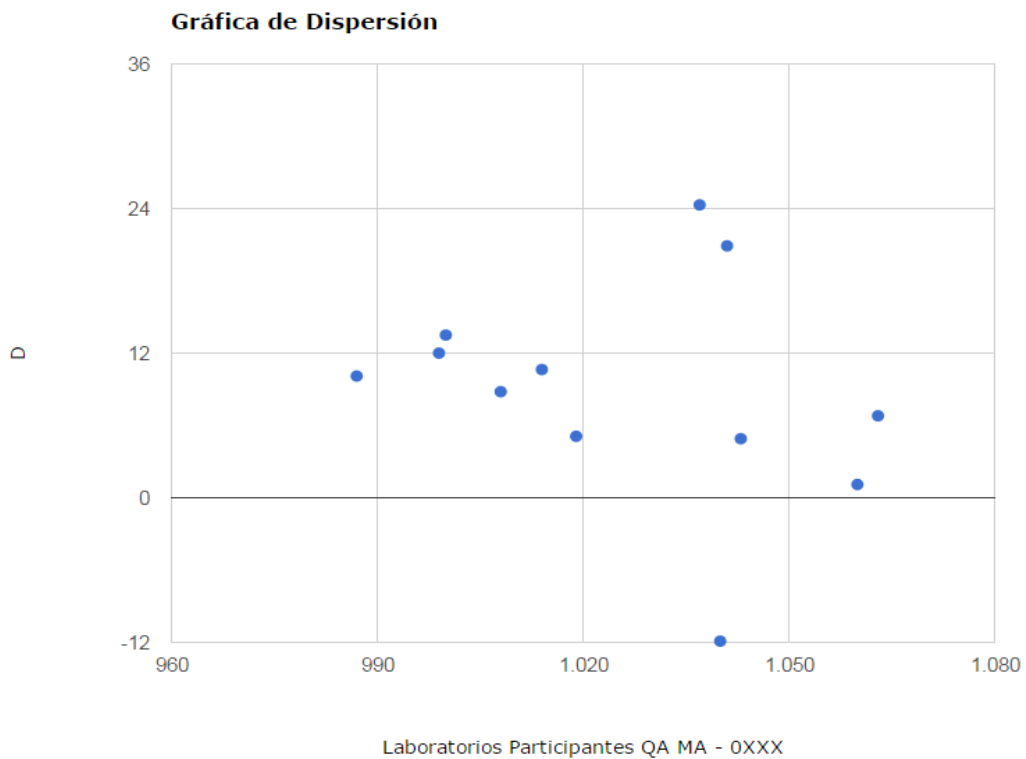
**Gráfica N° 3**

c) Distribución Z-score para Cromo



**Gráfica N° 3**

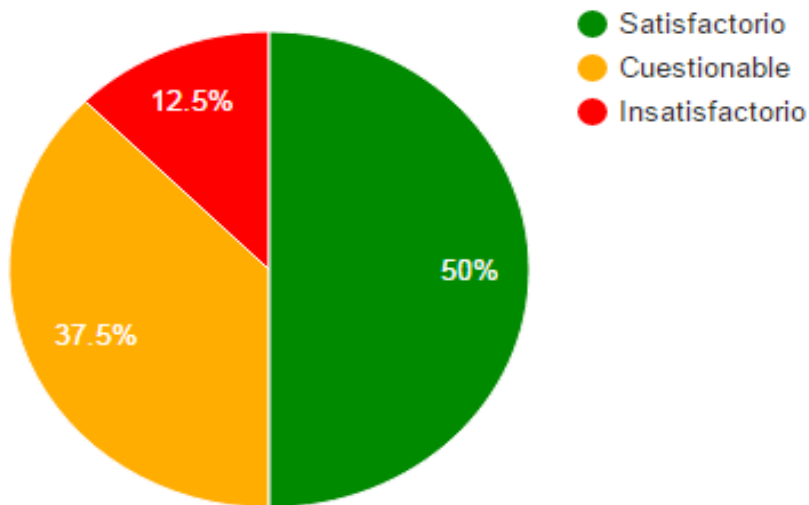
d) Gráfica de dispersión para Cromo



### Gráfica N° 4

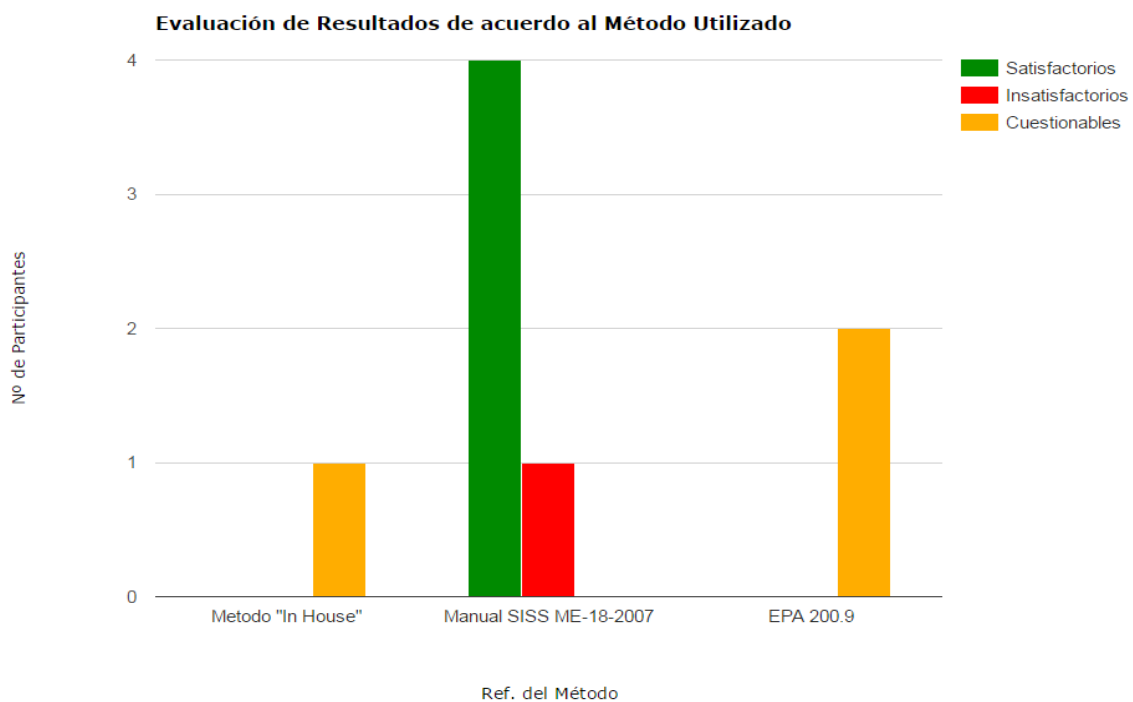
a) Evaluación de desempeño porcentual para Plomo

Gráfica Porcentual de Evaluación de Desempeño



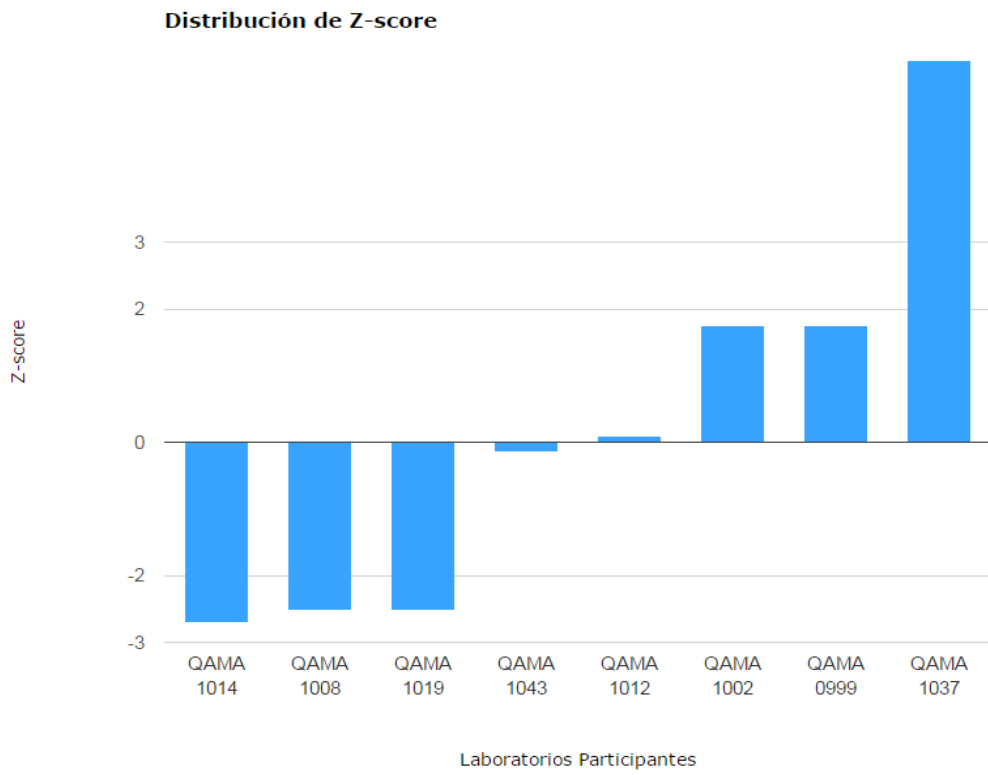
### Gráfica N° 4

b) Evaluación de resultados para Plomo según método utilizado



**Gráfica N° 4**

c) Distribución Z-score para Plomo



**Gráfica N° 4**

d) Gráfica de dispersión para Plomo

